بهار ۱۳۹۳/ سال هفتم/ شماره ویژه

فصلنامه علمی پژوهشی

مهندسی مکانیک جامدات

www.jsme.ir

فصلنامه علمی پژوهشی
مهندسی مکانیک جامدات

ساخت قطعات ایمپلنتی بیوکامپوزیت Ti-6AL-4V / HA-Zeolite نانو ساختار به روش آلیاژسازی مکانیکی و متالورژی پودر و بررسی خواص مکانیکی

حسن قیصری [۱،*]، ابراهیم کرمیان [۲]

* نویسنده مسئول: Gheisary@iauln.ac.ir

چکیده

قطعات ایمپلنتی تیتانیمی به علت سبکی و مقاومت به خوردگی در محیط‌های بیولوژیکی و همچنین دانسیته تقریبا نزدیک به استخوان بدن کاربردهای پزشکی خاصی دارند. هیدروکسی آپاتیت به دلیل داشتن ترکیبات مشابه با استخوان و ایجاد امکان رشد بافت به درون تخلخل‌ها، و زئولیت به علت حضور یون Si که می تواند به عنوان جوانه زنی در آپاتیت سازی (استخوان‌سازی) عمل نماید، به عنوان یک بیوسرامیک زیست فعال مورد توجه است. هدف ازاین پژوهش بررسی شرایط آلیاژ سازی مکانیکی آلیاژ تیتانیم Ti-6Al-4V وتاثیر درصد ترکیب سرامیکی (هیدروکسی آپاتیت-زیولیت با نسبت وزنی ۸۰ به ۲۰) در بیوکامپوزیت Ti-6AL-4V/HA-Zeolite برروی خواص مکانیکی (استحکام مکانیکی و سختی) می‌باشد. ابتدا آپاتیت طبیعی گرفته شده از استخوان ران گوساله را با پودرزئولیت نانو ساختار مخلوط نموده و به آلیاژ تیتانیم که به روش مکانیکی آلیاژ شده با نسبت های وزنی مختلف کامپوزیت و جهت متراکم سازی تحت عملیات حرارتی زینترینگ (°C ۱۳۰۰ به مدت ۱ ساعت تحت گاز خنثی آرگون) قرار داده شد. جهت بررسی خواص مکانیکی، آزمون اندازه گیری استحکام فشاری سرد و میکرو سختی ویکرز بر روی نمونه های متراکم شده انجام گرفت. از طرفی جهت بررسی ساختار فازی (XRD)و بررسی ریزساختار از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) انجام گرفت. بررسی نتایج نشان می‌دهد که بهترین خواص مکانیکی در نمونه کامپوزیتی تیتانیمی محتوی۲۰٪ وزنی ترکیب سرامیکی(HA-Zeolite) مشاهده گردید. بنابراین این کامپوزیت تیتانیمی می‌تواند به عنوان یک کاندیدای مناسب جهت مقاصد مهندسی پزشکی معرفی می گردد.

واژه‌های کلیدی

تیتانیم، هیدروکسی آپاتیت، زیولیت، آلیاژسازی مکانیکی، متالورژی پودر، نانو ساختار، بیوکامپوزیت

۱- دانشگاه آزاد اسلامی، واحد لنجان،گروه مهندسی مکانیک ومواد، اصفهان، ایران

۲- مرکزتحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه آزاداسلامی، واحد نجف آباد، اصفهان، ایران

Archive of SID

www.SID.ir

۱- مقدمه

تیتانیوم وآلیاژهای آن بطور وسیع درصنایع و پزشکی استفاده می شوند.بدلیل دانسیته پایین ، مدول الاستیسیته ، استحکام ویژه پایین و مقاومت به خوردگی خوب از آلیاژهای تیتانیوم استفاده می شود. درمیان انواع تیتانیومها ،آلیاژهای Ti-6AL-4V بدلیل عملکرد مکانیکی فشاری خوب کلربدهای وسیعی دارند. درسالهای اخیر گزارشات زیادی مبنی بر استفاده آلیاژهای تیتانیوم نانوساختار و فوق ریزدانه به علت بهبود خواص مکانیکی بطور مکرر استفاده شده اند [۱-۶]. فرآیند متالورژی پودر بعلت حذف مرحله ماشینکاری ، پایین آمدن هزینه تولید و دسترسی به ساختار ریزدانه جهت تولید قطعات ایمپلنتی تیتانیومی کاربرد وسیعی پیدا نموده است [۷]. هیدرکسی‌آپاتیت (HA:Ca/PO۱۰(OH)۶)۴۲ از جمله بیوسرامیک‌هایی می باشند که کاربرد وسیعی در ارتوپدی و جراحی ریشه دندان یافته‌اند که به دلیل شباهت این مواد از نظر ساختار کریستالی وشیمیایی با بافت معدنی استخوان می‌باشد. همچنین به دلیل ابعاد نانومتری آپاتیت استخوان و خواص بهتر مواد نانومتری نسبت به مواد مشابه میکرومتری، نانومواد در ساختار مواد زیستی-پزشکی مورد توجه قرار گرفته اند. نسبت سطح به حجم بالای این مواد باعث تحریک چسبندگی پروتئین‌های ویژه، افزایش فعالیت زیستی قبل از چسبیدن سلول‌ها بر سطح کاشتنی، کنترل رفتار سلولی و ایجاد بازسازی بافت می‌شوند. از طرفی با افزایش مساحت مرزدانه در ساختارهای نانومتری نسبت به ساختارهای درشت‌دانه‌تر، به دلیل افزایش مرزدانه، خواص مکانیکی بهبود می‌یابد [۸ و۹]. زیولیت دارای ساختار متخلخل ای از کریستال های آلومینو سیلیکاتی هیدراته می باشد. این ترکیب سرامیکی بعلت زیست سازگاری مناسب با بدن انسان کاربردهای مختلفی در زمینه پزشکی پیدانموده است که می توان به عنوان حمل کننده دارو در سیستمهای رهایش دارو ، جهت ساخت داربست ها در ترمیم بافت های پوستی وغیره اشاره نمود [۱۰]. با پیشرفت در زمینه شناخت بافت استخوانی، درمان‌های جدیدی برای آسیب های استخوانی ارائه شد. یکی از بهترین آن‌ها، استفاده از مواد مصنوعی سنتز شده است. در همین راستا، با پیشرفت علوم زیستی، شناخت پروتئین‌ها و مولکول‌های کوچکتر و توانایی بررسی رفتار عملکرد سلولی، استفاده از عوامل زیست فعال مانند فاکتورهای رشد و سلول‌هایی مانند سلول-های استخوان ساز (استئوبلاست) و سلول‌های بنیادی، نیز روشی برای درمان آسیب‌های استخوانی و غضروفی شناخته شد [۱۱]. هدف ازاین پژوهش بررسی شرایط آلیاژ سازی مکانیکی آلیاژ تیتانیم -V۴AL-۶Ti و تاثیر درصد ترکیب سرامیکی(هیدروکسی آپاتیت-زیولیت با نسبت وزنی ۸۰ به ۲۰) در بیو کامپوزیت نانو ساختار -AL-۶Ti V/HA-Zeolite۴ برروی خواص مکانیکی (استحکام مکانیکی و سختی) می باشد.

۲- مواد و روش انجام آزمایش

۲-۱-مواد اولیه

مواد مورد استفاده در این پژوهش زیولیت نانوساختار و پودر فلزات تیتانیم ، آلومینیوم و وانادیم می‌باشد، که در جدول ۲-۱ آورده شده است. همچنین هیدروکسی آپاتیت نانو ساختار گرفته شده از استخوان ران گوساله که در ذیل به روش تهیه آن اشاره شده است جز مواد اولیه می باشد.

جدول (۱) مشخصات مواد اولیه

مواد	شرکت سازنده	خلوص	اندازه ذرات nm
Ti	Merck	۹۹/۵	۵۰
V	Merck	۹۹/۷	۷۰
AL	Merck	۹۹/۶	۶۵
Zeolite	Daijoon	۹۹/۴	۸۵

Archive of SID

www.SID.ir

۲-۲- روش تهیه هیدروکسی آپاتیت طبیعیNHA

جهت تامین هیدروکسی آپاتیت به عنوان مواد اولیه از استخوان ران گاو استفاده گردید که استخوان ها به ابعاد دو سانتیمتری در آورده و به مدت ۲ ساعت می جوشانیم و عملیات چربی زدایی را انجام میدهیم سپس برای ۲ ساعت در خشک کن در دمای ۱۱۰ درجه سانتیگراد قرار میدهیم و سپس نمونه های استخوان چربی زدایی شده در سه دمای ۷۵۰ ، ۸۵۰ و ۹۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳ ساعت قرارداده شد. پس از انجام عملیات حرارتی نمونه ها پودر شده و آزمایش پرتو X یا XRD را انجام میدهیم. با استفاده از رابطه شرر و نتایج XRD به اندازه گیری کریستالهای HA پرداخته شد که بر اساس آن نمونه ای که بر اساس آن نمونه ای که در ۸۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت عملیات حرارتی شده بود و دارای اندازه کریستال حدود ۳۰nm بود که به عنوان پودر هیدروکسی آپاتیت نانو ساختار (نانو کریستال) جهت پوشش دهی بر روی نمونه های فلزی تیتانیمی انتخاب گردید.

۲-۳-تهیه پودر آلیازی تیتانیم به روش آلیاژ سازی مکانیکی

در این روش عناصر وانادیم V و آلومینیوم AL در فلز تیتانیوم Ti وارد می شود و آلیاژ Ti-6AL-4V تهیه می‌گردد. در این فرایند ۵ گرم پودر محتوی ۹۰ درصد وزنی تیتانیوم، ۶ درصد وزنی آلومینیوم و ۴ درصد وزنی وانادیوم وارد کاپ (محفظه) آسیا می گردد و با نسبت گلوله به پودر ۱۰۰/۵ گرم و سرعت چرخش ۶۰۰ دور بر دقیقه در مدت زمان‌های۲، ۴، ۶ ساعت به آسیا کاری توسط آسیا پرانرژی گلوله ای سیاره ای پرداخته شد.

۲-۴-مطالعه‌ی ساختاری (آنالیزفازی) XRD

مشخصه یابی فازی مواد پودری و نمونه ها توسط آزمون پراش پرتوی ایکس (XRD,Philips X 133) موجود در دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد با الگوی پراش با استفاده از لامپ Cu-Kα با طول موج λ=۱/۵۴۰۶ A در بازه ۷۰ > ۲θ > ۲۰ درجه ، گام ۰/۰۲ و زمان هر گام ۱ ثانیه به دست آمد.

۲-۵- تعیین اندازه کریستال

استفاده از عرض پیک موجود در الگوی پراش پرتو ایکس در نصف ارتفاع، یکی از روش های تعیین اندازه دانه می باشد، که به روش شرر موسوم است. شرر سهم کرنش شبکه را در پهن شدن پیک در نظر نگرفت و تمام پهن شدگی ذاتی را مربوط به ریز شدن دانه ها فرض کرد و رابطه(۱)را پیشنهاد داد:

$$t=0.9\mu/\beta Cos\,\theta \qquad (۱)$$

که در آن t اندازه دانه ها ، λ طول موج مورد استفاده (برای تیوب مس برابر 1/5406 A)، β عرض پیک انتخاب شده در نصف ارتفاع بر حسب رادیان و θ زاویه پیک بر حسب درجه است. به منظور بالا بردن دقت و حذف خطا در اندازه گیری پهنای پیک در نصف ارتفاع از نرم افزار Sigms Plot که یک نرم افزار برای رسم نمودار پراکنش و برازش منحنی است، استفاده شد. برای محاسبه اندازه کریستالیت ها از پیک تفرق موجود در زاویه $۲\theta =$

۲-۶- زینترینگ (تف جوشی)

جهت متراکم سازی نمونه های فشرده شده از عملیات حرارتی تف جوشی در محیط خنثی آرگون در ۲۶۰۴ درجه سانتیگراد که نسبت به پیک های مجاور خود قابل تفکیک و از شدت بالایی برخوردار است، استفاده شد. این پیک که مشخص کننده دسته صفحات (۰۰۲) می‌باشد؛ بیانگر رشد کریستال در امتداد محور c ساختار بلورین هیدروکسی آپاتیت است.

Archive of SID

www.SID.ir

۲-۷- کامپوزیت سازی

در این مرحله، پودرآلیاژی تیتانیوم را با مخلوط پودر سرامیکی HA-Zeolite را با به نسبتهای صفر و ۱۰، ۲۰ و ۳۰درصد وزنی را به مدت ۰/۵ ساعت توسط دستگاه آسیا مکانیکی گلوله ای سیاره ای پر انرژی با سرعت ۶۰۰ دور بر دقیقه و نسبت گلوله به پودر ۲۰ (گلوله‌های آلومینیایی) به مدت ۳۰ دقیقه مخلوط شد و جهت کامپوزیت نمودن تحت عملیات حرارتی زینترینگ (۱۳۰۰ درجه سانتیگراد بمدت ۱ ساعت) قرار داده شد. شایان ذکر است مخلوط پودر هیدروکسی (HA-Zeolit) شامل ۸۰٪ وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت و ۲۰٪ وزنی زئولیت می باشد.

۲-۸- نمونه سازی

جهت بررسی خواص مکانیکی ، نمونه هایی به قطر ۱۰ میلیمتر و ارتفاع ۲۰ میلیمتر جهت اندازه گیری استحکام فشاری سرد (CCS) تهیه گردید. به منظور تهیه این نمونه ها نیروی اعمالی ۱۰۰۰ Mpa است که توسط پرس هیدرولیکی انجام گردید.

درجه حرارت ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ ساعت استفاده گردید

۲-۹-اندازه گیری استحکام فشاری (CCS)

بررسی خواص مکانیکی با اندازه‌گیری استحکام فشاری سرد (CCS)توسط دستگاه هیدرولیکی فشاری STM150 انجام گردید. نمونه‌های استوانه‌ای با اندازه گیری قطر آنها و توسط فرمول زیر استحکام مکانیکی فشاری آنها اندازه گیری شد.

$$CCS=4\ F/\pi D^2 \qquad (۲)$$

F حداکثر نیروی اعمالی (نیروی اعمالی شکست فشاری) بر حسب نیوتن

D: قطر نمونه ها برحسب میلیمتر

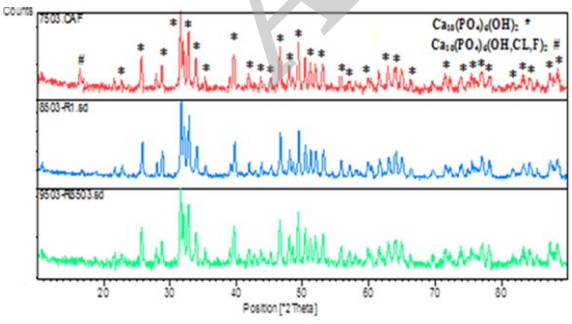
۲-۱۰- اندازه گیری میکرو سختی

از متداول ترین آزمون های ریزسختی سنجی است. اصول روش آزمایش ریزسختی ویکرز مانند آزمون ویکرز استاندارد است با این تفاوت که به جای نیروی فرورونده چند کیلوگرمی، نیروها در حدگرم هستند. این آزمون ها روی میکروسکوپ‌های متالورژیکی، که برای این کار طراحی شده اند، انجام می شوند. فرورونده هرنقطه اثرکوچک روی صفحه یک عدسی شیئی مخصوص جاسازی شده است. سطح نمونه آزمایش، پرداخت و بسیار براق شده و برای مطالعات میکروگراف اچ می شوند. مشاهده قطعه ها زیرمیکروسکوپ بابزرگنمایی ۲۰۰ تا ۲۰۰۰، امکان متمرکز کردن عدسی روی دانه های مجزای ماده و فروکردن هر م الماسی با نیروی کم، در آن نقطه را فراهم می سازد. نیروی مورد استفاده معمولا بین ۱ تا ۱۰۰ گرماست. پس از آن قطر لبه مربع شکل فرورفتگی به دقت اندازه گیری و طبق روش آزمون ویکرز محاسبه می شود.

۳ - نتایج و بحث

۳-۱-نتایج پراش پرتوایکس نمونه پودری NHA

نتایج پراش پرتو ایکس استخوان‌های حرارت دیده در دماهای مختلف در شکل (۱) آورده شده است.



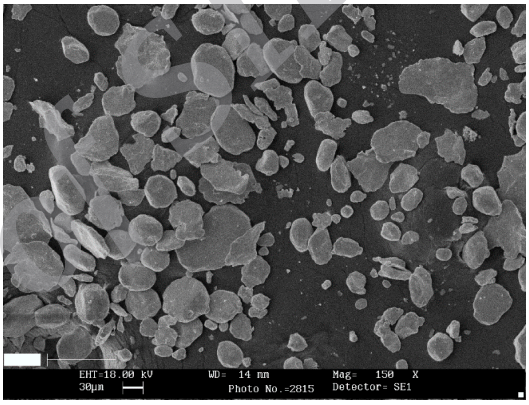
شکل (۱) الگوی پراش پرتوی ایکس استخوان حرارت دیده

بعد از اعلام نظر داوران، در صورت تأیید اولیه برای همانطوریکه شکل (۱)ملاحظه می‌گردد دو نمونه که در

Archive of SID

www.SID.ir

دمای ۷۵۰ حرارت دیده شد.تجزیه حرارتی کامل صورت نگرفته است و در کنار فاز HA مقداری فاز فسفات کلسیم دیگر نیز مشاهده می‌گردد. ولی در دو نمونه‌هایی که در دمای ۸۵۰ و ۹۵۰ به مدت ۳ ساعت حرارت دیده اند فقط فاز HA مشاهده می‌گردد. ولی به علت پایین بودن دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد و ریزتر بودن کریستال ها نسبت به دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد، این دما جهت تجزیه حرارتی استخوان و تهیه HA انتخاب گردید. تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر هیدروکسی آپاتیت طبیعی (NHA۸۵۰۳)در شکل (۲) نمایش داده شده است .



شکل ۲: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر هیدروکسی آپاتیت طبیعی (NHA8503)

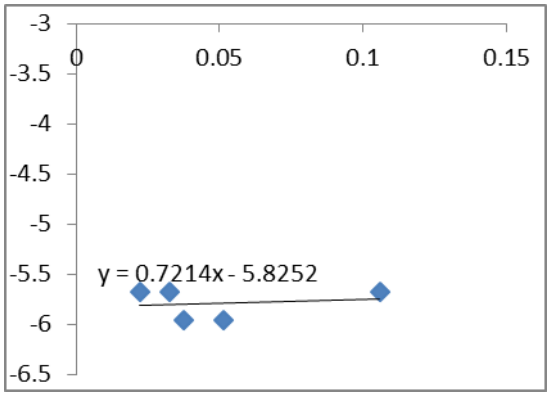
۳-۲-اندازه‌گیری قطر کریستالها

جهت اندازه گیری متوسط قطر کریستال ها(دانه ها) از روش اصلاح شده شرر استفاده گردید[۱۲]. در این روش با رسم نمودار Ln B بر حسب Ln (1/Cos Θ) با استفاده از اطلاعات پیک‌های پراش پرتو ایکس XRD ، می‌توان متوسط اندازه کریستال ها را با دقت بالاتر از روش میانگین-گیری روش شرر بدست آورد. با توجه به معادله نمودار-

-شکل (۳) عرض از مبدا ۵/۸۲۵۲- می باشد. که برابر با Ln (Kλ/L) می باشد. با توجه به اینکه مقادیر طول موج ۱/۵۴ آنگستروم و K فاکتور شکل ۰/۸۹ می باشد، لذا مقدار اندازه کریستال (L) برابر ۳۴ نانومتر بدست می آید.محاسبات مربوط در زیربهمراه شکل۳ آورده شده است.

$$LnB=\ln(k\lambda /l) + \ln (1/lnt) ==> \quad (3)$$

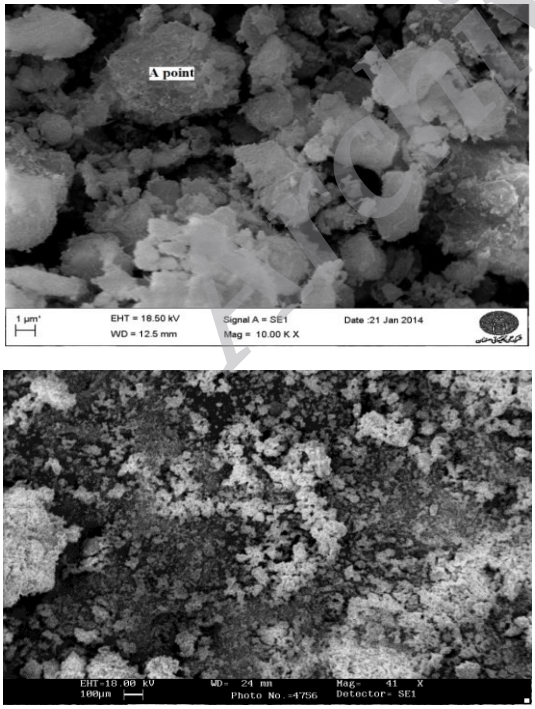
$$x , -5.8252=\ln(0.8 * 1.54\ A^{\circ})/L ,\ L=340A^{\circ}=34nm$$



شکل (۳) نمودار lnβبر حسب(ln(۱/CosΘ بر اساس داده های XRD نمونه هیدروکسی آپاتیت طبیعی بدست آمده در ۸۵۰ به مدت ۳ ساعت

۳-۳-مشخصه یابی پودر زئولیت

درشکل شماره ۴ دو تصویر از میکروسکوپ الکترونی روبشی از پودر زیولیت نشان داده شده است.



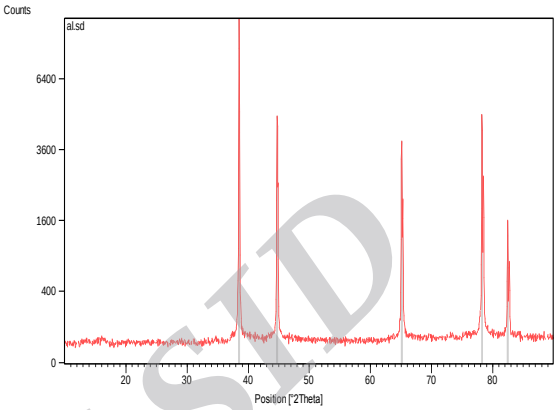
شکل (۴) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM پودر زئولیت

Archive of SID

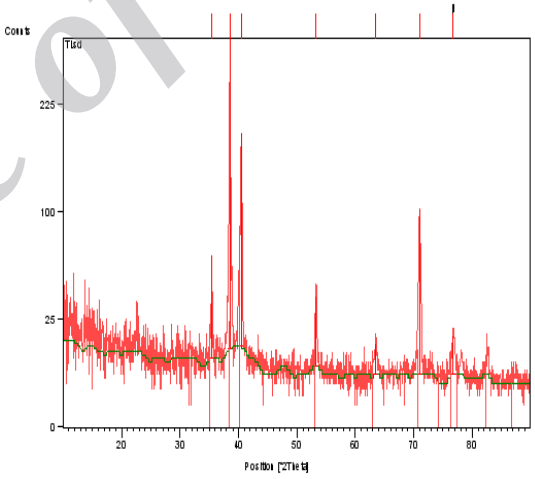
www.SID.ir

۳-۴-مشخصه یابی پودر فلزات

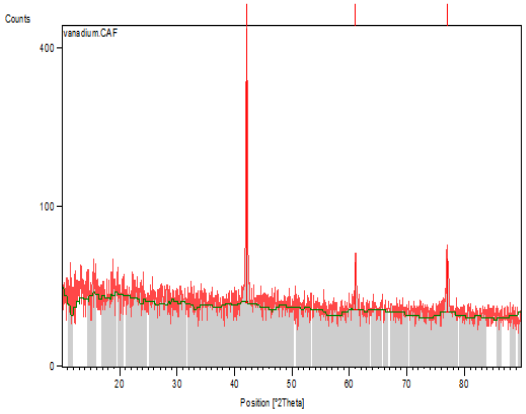
در تصویر اویرزیر الگوی پراش پرتوایکس نمونه پودری از آلومینیوم، تیتانیوم و وانادیوم به منظور فازیابی و سمت پودر در اشکال(۵)،(۶) و(۷) نمایش داده شده است که پیک های بدست آمده نشانگر فلز مورد نظر هستند.



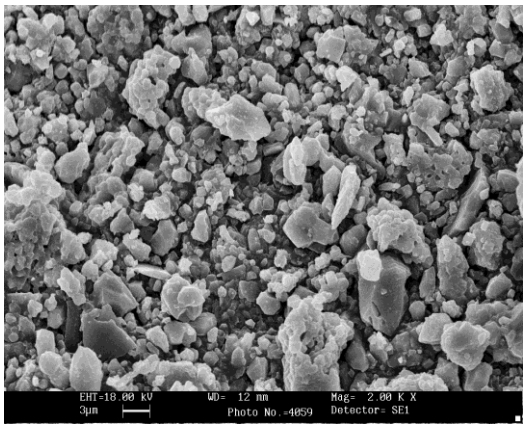
شکل (۵) الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) پودر آلومینیوم



شکل (۶) الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) پودر تیتانیم Δ



شکل (۷) الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) پودر وانادیم

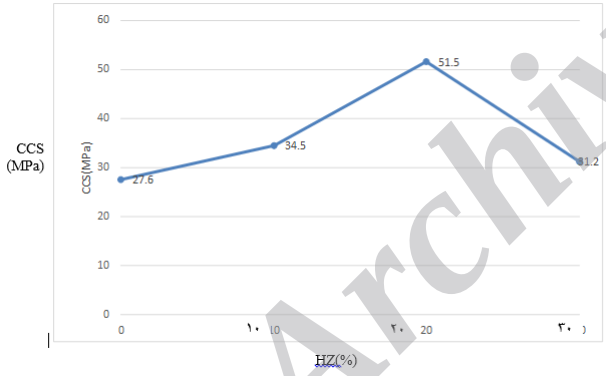


شکل (۸) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مخلوط مواد اولیه

همانطوریکه ملاحظه می‌گردد موفولورژی ذرات شامل کروی و غیر کروی می باشد. که مربوط به ذرات فلزی و سرامیکی می باشد.

۳-۵- نتایج استحکام فشاری سرد(CCS)

شکل(۹) نتایج استحکام فشاری سرد نمونه های فلزی و کامپوزیتی را نشان می دهد.



شکل(۹) استحکام فشاری سرد نمونه های کامپوزیتی محتوی درصدهای مختلف مخلوط سرامیکی(HZ) HA-Zeolite

همانطوریکه ملاحظه می گردد هرچه میزان فاز سرامیکی HZ در نمونه های کامپوزیتی افزایش می‌یابد، استحکام مکانیکی افزایش و بهبود می یابد. با توجه به بالا بودن خواص فشاری مواد و ترکیبات سرامیکی و بالا بودن دمای زینترینگ (۱۳۰۰°C) جوش و اتصالات بین ذرات سرامیکی و فلزی خوبی برقرار شده و شده و این موضوع

Archive of SID

www.SID.ir

منجر به تقویت خواص مکانیکی کامپوزیت زمینه فلزی تیتانیم ،با ازدیاد مخلوط سرامیکی HZ گردیده است. البته علت کاهش استحکام مکانیکی در نمونه محتوی ۳۰٪ وزنی مخلوط سرامیکی HZ ،می تواند به خاطر بالابودن فاز سیلیکاتی که منجر به ایجاد مناطق شیشه ای و نهایتا افت خواص مکانیکی باشد.

HZ: مخلوط سرامیکی هیدروکسی آپاتیت – زئولیت با نسبت وزنی ۸۰٪ و ۲۰٪ می باشد.

۳-۶- نتایج میکروسختی

مقایسه نسبت سختی نمونه ها برحسب ویکرز (VHN) در جدول ۲ آمده است.که نشان دهنده سختی قابل قبول در کامپوزیتی با درصدهای مختلف تیتانیوم می‌باشد.

جدول (۲) میکروسختی (ریزسختی) نمونه های کامپوزیتی تیتانیوم

درصد تیتانیوم کامپوزیت	۳۰%	۲۰%	۱۰%	۰%
میکرو سختی	554VHN	560VHN	541VHN	520VHN

افزایش میکروسختی در نمونه های کامپوزیتی (به میزان ۱۰٪) بخاطر ازدیاد فاز سرامیکی که نسبت به فلز دارای سختی بالاتری می باشد ،است.

۴-نتیجه گیری

۱ -جهت تهیه پودر هیدروکسی آپاتیت طبیعی (NHA) از استخوان ران گوساله استفاده شده که در عملیات حرارتی ۸۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳ ساعت بر روی قطعات استخوانی مناسب می‌باشد

۲ -بالاترین خواص مکانیکی (استحکام فشاری سرد) به میزان ۵۱/۵ Mpa در نمونه کامپوزیتی محتوی ۲۰٪ مخلوط سرامیکی هیدروکسی آپاتیت – زئولیت بدست آمده که حدود ۲ برابر نمونه تیتانیومی می باشد.

۳ -اندازه کریستالهای فاز HA ، در پودر NHA حدود ۳۴ نانومتر می باشد . در واقع پودر هیدروکسی آپاتیت طبیعی (NHA)، از نوع نانو کریستال یا نانو ساختاری می باشد.

مراجع:

[1] Semenova I.P., Raab G.I., Saitova L.R., Valiev R.Z., The effect of equal-channel angular pressing on the structure and mechanical behavior of Ti–6Al–4V alloy , *Material Science Engineering*, vol. ۳۸۷-۳۸۹ ,2004, pp. 805–808.

[2] Zherebtsov S., Kudryavtsev E., Kostjuchenko S., Malysheva S., Salishchev G., Strength and ductility-related properties of ultrafine grained two-phase titanium alloy produced by warm multiaxial forging, *Material Science Engineering*, Vol.536, 2012, pp. 190–196.

[3] Sergueeva A.V., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Mukherjee A.K., Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure, *Scripta Materialia*, vol. 45, 2001, pp.747-752.

[4] Yoshimura H., Nakahigashi J., Superplasticity and its Application of Ultra-Fine Grained Ti-6Al-4V Alloy Obtained through Protium Treatment , *Materials Transactions*, vol. 43 , 2002 , pp. 2768-2772.

[5] He G., Eckert J., Löser W., Shultz L., Novel Ti-base nanostructure-dendrite composite with enhanced plasticity, *Nature Materials*, vol. 2, 2003, pp. 33–37.

[6]Valiev, in: Zhu Y.T., Varyukhin V. (Eds.), Nanostructured Materials by High-Pressure Severe Plastic Deformation, *Nato Science Series II*, Springer, Netherlands, 2006, pp. 259–263.

[7] T.M.T. Godfrey, A. Wisbey, P.S. Goodwin, K. Bagnall, C.M. Ward-Close, *Material Science Engineering* ,vol. 282, 2000, pp. 240–250.

Archive of SID

www.SID.ir

[8] Ertorer O., Zúñiga A., Topping T., Moss W., Lavernia E.J., Enhanced tensile strength and high ductility in cryomilled commercially pure titanium, *Scripta Materialia*, vol. 60, 2009, pp. 586-589.

[۹] سادات شجاعی م. ، هیدروکسی آپاتیت: نانوذرات معدنی استخوان، سازمان انتشارات جهاد دانشگاهی، ۱۳۸۹.

[۱۰] سلیمانی‌شایسته ی. / قاسمی ا.، معرفی و کاربرد هیدروکسی آپاتیت (Interpore) در بیماریهای پریودنتال، جهاد دانشگاهی (دانشگاه تهران، دانشکده دندانپزشکی)، ۱۳۷۱.

[11] Bonfield W., Gibson I.R., Process for the preparation of magnesium and carbonate substituted hydroxyapatite, *Patent Application* No. WO 99/32400, 1999.

[12] Kharaziha M., Fathi M.H., Improvement of mechanical properties and bio-compatibility of forsterite bioceramic addressed to bone tissue engineering materials, *Journal of Mechanical Behavior Biomed Material*, vol.3, 2010, pp. 530-735.

[13] Monshi A., Foroughi M.J., Monshi M.R., Modified sherrer equipment and survey of another equipments, *Patent Application*, No. WO 99/32400, 1999.

Archive of SID

www.SID.ir